



## Asam sulfat teknis



© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Syarat mutu .....	1
5 Pengambilan contoh .....	1
6 Cara uji .....	2
7 Syarat lulus uji .....	14
8 Pengemasan.....	14
9 Penandaan .....	14
Bibliografi .....	15





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Asam sulfat teknis* merupakan revisi dari SNI 06-0030-1996, *Asam sulfat teknis, Mutu dan cara uji*.

Standar ini direvisi pada pasal syarat mutu dengan menambahkan beberapa parameter uji sesuai dengan perkembangan perdagangan. Adapun tujuan revisi standar ini adalah:

1. Melindungi produsen dan konsumen;
2. Mendukung perkembangan industri;
3. Menunjang ekspor nonmigas..

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup panitia teknis di Jakarta pada tanggal 22 November 2010. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 18 Juli 2011 s.d 18 September 2011 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.





## Asam sulfat teknis

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji asam sulfat teknis.

### 2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penggunaan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi tersebut yang digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, acuan dengan edisi terakhir yang digunakan (termasuk semua amandemennya)

SNI 0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*.

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

#### asam sulfat teknis

bahan kimia dengan rumus molekul  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , berupa cairan tidak berwarna sampai sedikit kekuningan, bersifat sangat higroskopis dan korosif yang digunakan untuk industri atau kebutuhan lainnya

### 4 Syarat mutu

Tabel 1 - Syarat mutu

No	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
1	Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )	% b/b	Min. 98,2
2	Kekeruhan	NTU	Maks. 60
3	Sisa pemijaran	% b/b	Maks. 0,02
4	Klorida (Cl)	mg/kg	Maks. 5
5	Besi (Fe)	mg/kg	Maks. 40
6	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 9
7	Arsen (As)	mg/kg	Maks. 0,2
8	Tembaga (Cu)	mg/kg	Maks. 1
9	Selenium (Se)	mg/kg	Maks. 0,5
10	Seng (Zn)	mg/kg	Maks. 2

### 5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0429.



## 6 Cara uji

### 6.1 Asam sulfat

#### 6.1.1 Prinsip

Penentuan kadar asam sulfat dilakukan dengan cara titrasi dengan larutan NaOH menggunakan indikator fenolftalin.

#### 6.1.2 Peralatan

- Dely tube*
- Gelas piala
- Buret 100 mL
- Labu ukur
- Kertas saring

#### 6.1.3 Pereaksi

- Larutan 0,5 N NaOH.

Larutkan 162 g NaOH p.a dalam 150 mL aquades bebas CO<sub>2</sub>. Dinginkan sampai 25°C. Saring dengan kertas saring sedang (whatman no 40). Ambil 27,2 mL dengan buret dan masukkan ke dalam labu ukur 1 L. Encerkan dengan aquades bebas CO<sub>2</sub> sampai tanda batas, homogenkan. Timbang (4,75 ± 0,05) g kalium hidrogen ftalat (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) p.a yang sudah dikeringkan pada 120°C selama 2 jam. Larutkan dengan aquades dan titrasi dengan larutan NaOH yang akan distandarkan.

$$\text{Normalitas NaOH} = \frac{W}{0,20423 \times V}$$

#### Keterangan:

W	adalah berat kalium hidrogen ftalat (g)
V	adalah banyaknya volume NaOH yg digunakan untuk titrasi (mL)
0,20423	adalah BM kalium hidrogen ftalat/1000

- Indikator : fenolftalin (10 g/L).

Larutkan 1 g fenolftalin dalam 100 mL etanol 95%.

#### 6.1.4 Cara kerja

- Masukkan lengan panjang *dely tube* kering yang beratnya diketahui ke dalam contoh (g<sub>1</sub>).
- Pindahkan contoh dengan sistem pipet memakai jari telunjuk sebanyak kira-kira 1,9 g sampai dengan 2,2 g.
- Balikkan *dely tube* dan gunakan tisu dengan ketebalan beberapa lapis untuk menyeka sisa asam dari lengan panjang *dely tube*.
- Setelah kering, timbang kembali contoh beserta *dely tube* dengan ketelitian 0,0001 g terdekat dan catat beratnya (g<sub>2</sub>).
- Miringkan *dely tube* sehingga asam mengalir hampir ke lengkungan lengan pendek dan sambungkan segera ke reservoir aquades ( aquades yang diberi beberapa tetes NaOH dan fenolftalin sampai warna larutan sedikit merah muda) dengan karet tube dan penjepit.
- Masukkan lengan panjang *dely tube* ke dalam gelas piala yang berisi ± 100 mL aquades.



- g. Buka jepitan dengan perlahan dan bilas contoh sampai ke gelas piala.
- h. Lanjutkan aliran air sampai semua asam tercuci dari *dely tube* (dengan ditandai munculnya warna merah muda).
- i. Bilas lengan panjang *dely tube* dan gabung semua bilasannya dalam gelas piala.
- j. Tambahkan indikator fenolftalin 3 sampai dengan 5 tetes.
- k. Titrasi contoh sampai larutan berwarna merah muda. Catat volume yang terpakai (v).

### 6.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar H}_2\text{SO}_4 = \frac{VN \times 0,04904 \times 100}{W}$$

#### Keterangan:

- V adalah volume larutan NaOH
- N adalah normalitas larutan NaOH
- W adalah bobot contoh (g)
- 0,04904 adalah berat setara Asam sulfat/1000

## 6.2 Kekeruhan

### 6.2.1 Prinsip

Kekeruhan asam sulfat ditetapkan secara Turbidimetri.

### 6.2.2 Peralatan

- a. Turbidimeter

### 6.2.3 Cara kerja

- a. Masukkan contoh ke dalam kuvet.
- b. Baca dan catat angka kekeruhan yang ditunjukkan

## 6.3 Sisa pemijaran

### 6.3.1 Prinsip

Penentuan sisa pemijaran dengan pemijaran contoh pada suhu  $(800 \pm 50) ^\circ\text{C}$ .

### 6.3.2 Peralatan

- a. Tanur
- b. Cawan platina / cawan porselen
- c. Eksikator
- d. Timbangan dengan ketelitian 0,0001 g
- e. Penangas listrik

### 6.3.3 Cara kerja

- a. Timbang sebanyak 50 g sampai dengan 100 g contoh ke dalam cawan platina atau cawan porselen yang telah diketahui beratnya;
- b. Uapkan di atas penangas listrik atau pasir sampai kering, lalu pijarkan pada suhu  $(800 \pm 50) ^\circ\text{C}$  selama 15 menit;
- c. Dinginkan dalam eksikator dan timbang hingga bobot tetap.



### 6.3.4 Perhitungan

$$\text{Kadar sisa pemijaran} = \frac{(W_1 - W_2) \times 100}{W}$$

#### Keterangan:

$W_1$  adalah bobot cawan platina atau cawan porselen yang berisi residu (g)

$W_2$  adalah bobot cawan platina atau cawan porselen kosong (g)

$W$  adalah bobot contoh (g)

## 6.4 Klorida (Cl)

### 6.4.1 Prinsip

Klorida direaksikan dengan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) membentuk perak klorida ( $\text{AgCl}$ ) dan diukur secara spektrofotometri pada panjang gelombang 440 nm sampai dengan 460 nm.

### 6.4.2 Peralatan

- Spektrofotometer
- Gelas piala
- Timbangan dengan ketelitian 0,0001 g.

### 6.4.3 Pereaksi

- Larutan perak nitrat  $\text{AgNO}_3$  2%.  
Larutkan 2 g  $\text{AgNO}_3$  dengan aquades dan encerkan sampai 100 mL.
- Larutan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) (1:2).  
Ambil 1 bagian  $\text{HNO}_3$  65% p.a. larutkan ke dalam 2 bagian aquades.
- Larutan Standar Cl 0,01 mg/mL  
1,648 g NaCl p.a dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 1 liter, tepatkan sampai tanda. Pipet 10 mL dan encerkan sampai 1 liter dalam labu ukur. 1 mL larutan = 0,01 mg Cl.

### 6.4.4 Cara kerja

#### 6.4.4.1 Pengerjaan contoh uji

- Timbang sebanyak 5 g contoh diencerkan pada gelas piala yang sudah berisi 10 mL aquades.
- Tambahkan 3 mL asam nitrat 1 : 2, kemudian encerkan dengan aquades hingga 25 mL.
- Tambahkan 1 mL  $\text{AgNO}_3$  2% (b/v), diamkan 15 menit di tempat yang gelap.

#### 6.4.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- Pipet larutan standar klorida 0,01 mg/mL mulai dari 0 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 4 mL ke masing-masing labu ukur 100 mL.
- Tambah masing-masing 5 g  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a, dan aquades sampai 25 mL, dinginkan sampai suhu kamar.
- Lanjutkan seperti butir 6.4.4.1 b & c.
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi



### 6.4.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi } Cl \text{ (mg / kg)} = \frac{C \times V}{W}$$

#### Keterangan:

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)  
 V adalah volume labu ukur yang digunakan (mL)  
 W adalah bobot contoh (g)

## 6.5 Besi (Fe)

### 6.5.1 Prinsip

Besi direduksi dan ditentukan secara spektrofotometri dengan 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin).

### 6.5.2 Peralatan

- Gelas piala
- Spektrofotometer
- Timbangan dengan ketelitian 0,0001 g

### 6.5.3 Pereaksi

- Larutan ammonium asetat-asam asetat.  
 Larutkan 100 g ammonium asetat ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) dalam 600 mL aquades, saring, tambah 200 mL asam asetat glacial dan encerkan dengan aquades sampai 1 L.
- Larutan ammonium hidroksida (1:1).  
 Encerkan 500 mL ammonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) dengan 500 mL aquades, aduk.
- Kertas *congo red*.
- Larutan hidroksilamin hidroklorida (100 g/L).  
 Larutkan 100 g hidroksilamin hidroklorida ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ) dalam 600 mL aquades, saring, dan encerkan dengan aquades sampai 1 L.
- Larutan standar besi (1 mL = 0,01 mg Fe). Larutkan 0,7022 g fero amonium sulfat heksahidrat ( $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) p.a dalam 500 mL aquades yang mengandung 20 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. Encerkan dengan aquades sampai 1 L dalam labu ukur.
- Larutan 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin) (3 g/L).  
 Larutkan 3 g ortho - fenantrolin monohidrat dalam 500 ml aquades, tambah 1 mL asam hidroklorida (HCl), aduk, saring, dan encerkan dengan aquades sampai 1 L

### 6.5.4 Cara kerja

#### 6.5.4.1 Pengerjaan contoh uji

- Timbang 1 g contoh, tambahkan secara berurutan :
  - 30 mL aquades
  - 1 mL larutan hidroksilamin hidroklorida (100 g/L)
  - 5 mL larutan 1,10 fenantrolin (3 g/L)
  - larutan amonium hidroksida (1:1) hingga pH 3,5 sampai dengan 4
  - 5 mL larutan bufer asetat (100 g/L)
- Encerkan dengan aquades hingga 100 mL, diamkan selama 15 menit.
- Baca absorbansinya pada kisaran panjang gelombang 500 nm sampai dengan 525 nm



#### 6.5.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- Pipet larutan standar besi 0,01 mg/mL mulai dari 0 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL; dan 5 mL ke masing-masing labu ukur 100 mL.
- Lanjutkan seperti butir 6.5.4.1 b, c, sehingga diperoleh konsentrasi 0 mg/L ; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L ; 0,3 mg/L ; 0,4 mg/L dan 0,5 mg/L.
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

#### 6.5.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi } Fe \text{ (mg / kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

##### Keterangan:

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)  
 fp adalah faktor pengenceran  
 V adalah volume labu ukur yang digunakan (mL)  
 W adalah bobot contoh (g)

### 6.6 Timbal (Pb)

#### 6.6.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dengan bantuan pemanas kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan gas asetilen  $\text{C}_2\text{H}_2$ . Logam dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

#### 6.6.2 Peralatan

- SSA dengan kelengkapannya
- Lampu katoda berongga
- Timbangan dengan ketelitian 0,0001 g
- Gas asetilen
- Gelas piala
- Pipet ukur
- Labu ukur
- Corong gelas
- Pemanas Listrik
- Kertas saring berpori
- Labu semprot

#### 6.6.3 Pereaksi

- Aquades.
- Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) p.a.
- Asam nitrat (1:1).
- Larutan induk 1 000 mg/L standar timbal (Pb).
- Larutan pengencer; aquades yang ditambahkan asam nitrat pekat sampai pH 2.



## 6.6.4 Cara kerja

### 6.6.4.1 Persiapan contoh uji

- Homogenkan contoh uji.
- Timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan timbangan, kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji.
- Panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering.
- Dinginkan residu pada suhu ruang kemudian larutkan dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), bilas kaca arloji dengan air dan air bilasannya dimasukkan ke dalam gelas piala.
- Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.
- Larutan contoh uji siap diukur.

### 6.6.4.2 Pembuatan larutan kerja Timbal (Pb)

- Untuk membuat larutan baku logam 100 mg/L  
Pipet 10,0 mL dari larutan induk Pb 1000 mg/L kemudian masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- Pipet 0 mL; 1 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL larutan baku 100 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi timbal 0,0 mg/L; 1 mg/L; 5 mg/L; 10 mg/L; 15 mg/L dan 20 mg/L.

### 6.6.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 217 atau 283,3 nm untuk Pb.
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
- Lanjutkan dengan pengukuran larutan contoh uji yang telah disiapkan.

## 6.6.5 Perhitungan

Konsentrasi logam untuk Pb :

$$Pb \text{ (mg / kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

**Keterangan:**

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran, mg/L  
 fp adalah faktor pengenceran  
 V adalah volume labu ukur yang digunakan, mL  
 W adalah bobot contoh, g

## 6.7 Arsen (As)

### 6.7.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) menjadi larutan arsen. Larutan arsen direduksi dengan kalium iodida (KI) dan direaksikan dengan sodium borohidrid ( $\text{NaBH}_4$ ) atau stano klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) sehingga terbentuk senyawa arsen hidrida yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.



### 6.7.2 Peralatan

- SSA dengan kelengkapannya
- Lampu katoda berongga
- Hydride Vapour Generator (HVG)
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,001 mg, terkalibrasi
- Gas asetilen
- Gas argon
- Gelas piala
- Pipet ukur
- Labu ukur
- Corong gelas
- Pemanas listrik
- Kertas saring berpori
- Labu semprot

### 6.7.3 Pereaksi

- HCl 8 M  
Encerkan 66 mL HCl 37 % hingga 100 mL dengan aquades
- KI 20 %  
Larutkan 20 gram KI dengan aquades kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, dan himpitkan volume hingga 100 mL l (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- NaBH<sub>4</sub> 0,4 %  
Larutkan 2,5 gram NaOH dan 2,0 gram NaBH<sub>4</sub> dengan aquades kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, dan himpitkan volume hingga 500 mL.
- HCl 5 M  
Encerkan 200 mL HCl hingga 500 mL dengan aquades.
- HNO<sub>3</sub> Pekat

### 6.7.4 Cara kerja

#### 6.7.4.1 Persiapan contoh uji

- Homogenkan contoh uji.
- Timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan timbangan, kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji.
- Panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering.
- Dinginkan residu pada suhu ruang kemudian larutkan dengan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>), bilas kaca arloji dengan air dan air bilasannya dimasukkan ke dalam gelas piala.
- Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.
- Larutan contoh uji siap diukur

#### 6.7.4.2 Pembuatan larutan kerja Arsen

- Untuk membuat larutan baku (induk) arsen 100 mg/L, pipet 10,0 mL dari larutan induk As 1000 mg/L, masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- Untuk membuat larutan baku arsen 1 mg/L, pipet 1,0 mL dari larutan induk As 100 mg/L, masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.



- c. Untuk membuat larutan baku arsen 100 µg/L, pipet 5,0 mL dari larutan induk As 1 mg/L, masukkan dalam labu ukur 50 ml dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- d. Pipet 0 mL; 1 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL larutan baku 100 µg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- e. Tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi arsen 0,0 µg/L; 1 µg/L; 5 µg/L; 10 µg/L; 15 µg/L dan 20 µg/L.

#### 6.7.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- a. Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya.
- b. Optimalkan alat.
- c. Pipet 25 mL larutan kerja standar arsen dan larutan contoh uji ke dalam test tube, tambahkan 2 mL HCl 8 M dan 0,1 mL KI 20 % kemudian biarkan minimal 2 menit.
- d. Baca absorbansi dari standar, contoh dan blanko sebagai koreksi.

#### 6.7.5 Perhitungan

Konsentrasi logam untuk As:

$$As (mg / kg) = \frac{C \times fp \times V}{W \times 1000}$$

##### Keterangan:

C	adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran, µg/L
fp	adalah faktor pengenceran
V	adalah volume labu ukur yang digunakan, mL
W	adalah bobot contoh, g
1000	adalah faktor konversi dari µg/L menjadi mg/L

### 6.8 Tembaga (Cu)

#### 6.8.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dengan bantuan pemanas kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan gas asetilen C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>. Logam dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

#### 6.8.2 Peralatan

- a. SSA dengan kelengkapannya
- b. Lampu katoda berongga
- c. Timbangan dengan ketelitian 0,0001 g
- d. Gas asetilen
- e. Gelas piala
- f. Pipet ukur
- g. Labu ukur
- h. Corong gelas
- i. Pemanas Listrik
- j. Kertas saring berpori
- k. Labu semprot



### 6.8.3 Pereaksi

- Aquades
- Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) p.a
- Asam nitrat (1:1)
- Larutan induk 1000 mg/L standar tembaga (Cu)
- Larutan pengencer; aquades yang ditambahkan asam nitrat pekat sampai pH 2.

### 6.8.4 Cara kerja

#### 6.8.4.1 Persiapan contoh uji

- Homogenkan contoh uji.
- Timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan timbangan kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji.
- Panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering.
- Dinginkan residu pada suhu ruang kemudian larutkan dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), bilas kaca arloji dengan air dan air bilasannya dimasukkan ke dalam gelas piala.
- Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 ml (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.
- Larutan contoh uji siap diukur.

#### 6.8.4.2 Pembuatan larutan kerja logam

- Untuk membuat larutan baku logam 100 mg/L;  
Pipet 10,0 mL dari larutan induk Cu 1000 mg/L masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- Pipet 0 mL; 1 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL larutan baku 100 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi tembaga 0,0 mg/L; 1 mg/L; 5 mg/L; 10 mg/L; 15 mg/L dan 20 mg/L.

#### 6.8.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 324,7 nm untuk Cu.
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
- Lanjutkan dengan pengukuran larutan contoh uji yang telah disiapkan.

### 6.8.5 Perhitungan

Konsentrasi logam untuk Cu :

$$Cu \text{ (mg / kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

#### Keterangan :

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)  
 fp adalah faktor pengenceran  
 V adalah volume labu ukur yang digunakan (mL)  
 W adalah bobot contoh (g)



## 6.9 Selenium (Se)

### 6.9.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) menjadi larutan selenium. Larutan selenium direaksikan dengan sodium borohidrid ( $\text{NaBH}_4$ ) atau stano klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) sehingga terbentuk senyawa selenium hidrida yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 196,0 nm.

### 6.9.2 Peralatan

- SSA dengan kelengkapannya
- Lampu katoda berongga
- Hydride Vapour Generator (HVG)
- Timbangan dengan ketelitian 0,0001 g
- Gas asetilen
- Gas argon
- Gelas piala
- Pipet ukur
- Labu ukur
- Corong gelas
- Pemanas Listrik
- Kertas saring berpori
- Labu semprot

### 6.9.3 Pereaksi

- $\text{NaBH}_4$  0,4 %  
Larutkan 2,5 gram  $\text{NaOH}$  dan 2,0 gram  $\text{NaBH}_4$  dengan aquades kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, dan himpitkan volume hingga 500 mL.
- $\text{HCl}$  5 M  
Encerkan 200 mL  $\text{HCl}$  sampai dengan 500 mL dengan aquades.
- $\text{HNO}_3$  Pekat

### 6.9.5 Cara kerja

#### 6.9.4.1 Persiapan contoh uji

- Homogenkan contoh uji.
- Timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan timbangan kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji.
- Panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering
- Dinginkan residu pada suhu ruang kemudian larutkan dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), bilas kaca arloji dengan air dan air bilasannya dimasukkan ke dalam gelas piala.
- Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.
- Larutan contoh uji siap diukur.

#### 6.9.4.2 Pembuatan larutan kerja Selenium

- Untuk membuat larutan baku (induk) selenium 100 mg/L;  
Pipet 10,0 mL dari larutan induk Se 1000 mg/L masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.



- b. Untuk membuat larutan baku selenium 1 mg/L;  
Pipet 1,0 mL dari larutan induk Se 100 mg/L masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- c. Untuk membuat larutan baku selenium 100 µg/L;  
Pipet 5,0 mL dari larutan induk Se 1 mg/L masukkan dalam labu ukur 50 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- d. Pipet 0 mL; 1 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL larutan baku 100 µg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- e. Tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi selenium 0 µg/L; 1 µg/L; 5 µg/L; 10 µg/L ; 15 µg/L dan 20 µg/L.

#### 6.9.4.3 Prosedur pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- a. Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya.
- b. Optimalkan alat.
- c. Siapkan NaBH<sub>4</sub> 0,4% dan HCl 5 M.
- d. Baca absorbansi dari larutan deret standar, contoh dan blanko sebagai koreksi.

#### 6.9.5 Perhitungan

Konsentrasi logam untuk Se:

$$Se (mg / kg) = \frac{C \times fp \times V}{W \times 1000}$$

##### Keterangan :

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (µg/L)  
 fp adalah faktor pengenceran  
 V adalah volume labu ukur yang digunakan (mL)  
 W adalah bobot contoh (g)  
 1000 adalah faktor konversi dari µg/l menjadi mg/L.

#### 6.10 Seng ( Zn )

##### 6.10.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dengan bantuan pemanas kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan gas asetilen C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>. Logam dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

##### 6.10.2 Peralatan

- a. SSA dengan kelengkapannya
- b. Lampu katoda berongga
- c. Timbangan dengan ketelitian 0,0001 g
- d. Gas asetilen
- e. Gelas piala
- f. Pipet ukur
- g. Labu ukur
- h. Corong gelas
- i. Pemanas listrik



- j. Kertas saring berpori
- k. Labu semprot

### 6.10.3 Pereaksi

- a. Aquades
- b. Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) p.a
- c. Asam nitrat (1:1)
- d. Larutan induk 1000 mg/L standar seng (Zn)
- e. Larutan pengencer ; aquades yang ditambahkan asam nitrat pekat sampai pH 2.

### 6.10.4 Cara kerja

#### 6.10.4.1 Persiapan contoh uji

- a. Homogenkan contoh uji.
- b. Timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan timbangan kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji.
- c. Panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering.
- d. Dinginkan residu pada suhu ruang kemudian larutkan dengan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), bilas kaca arloji dengan air dan air bilasannya dimasukkan ke dalam gelas piala.
- e. Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.
- f. Larutan contoh uji siap diukur.

#### 6.10.4.2 Pembuatan larutan kerja logam

- a. Untuk membuat larutan baku logam 100 mg/L;  
Pipet 10,0 mL dari larutan induk Zn 1000 mg/L masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- b. Pipet 0 mL; 1 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL larutan baku 100 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- c. Tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi seng 0,0 mg/L; 1 mg/L; 5 mg/L; 10 mg/L; 15 mg/L dan 20 mg/L.

#### 6.10.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- a. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
- b. Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 213,8 nm untuk Zn.
- c. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
- d. Lanjutkan dengan pengukuran larutan contoh uji yang telah disiapkan.

### 6.10.5 Perhitungan

Konsentrasi logam untuk Zn:

$$\text{Zn (mg / kg)} = \frac{C \times fp \times V}{W}$$

#### Keterangan :

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L)
- fp adalah faktor pengenceran
- V adalah volume labu ulur yang digunakan (mL)
- W adalah bobot contoh (g)



## 7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu pada pasal 4.

## 8 Pengemasan

Produk asam sulfat dikemas dalam wadah yang tertutup, tidak mempengaruhi isi, dan aman selama pengangkutan dan penyimpanan.

## 9 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan tanda penandaan yang mudah dibaca, berisikan sekurang-kurangnya :

- Nama produk dan rumus kimia.
- Berat bersih.
- Nama produsen.
- Alamat perusahaan.
- Cara penanganan.
- Kode produksi.





## Bibliografi

- 1). ASTM E223-96, *Standard Test Methods for Analysis of Sulfuric Acid* (American Society for Testing and Materials).
- 2). ASTM E200-97, *Standard Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis*.
- 3). JIS K 1322 – 1987, *Testing Method of Sulfuric Acid* (Japanese Industrial Standard )























**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)